

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-131882

(43)Date of publication of application : 12.05.2000

(51)Int.Cl. G03G 9/087
G03G 9/08

(21)Application number : 10-303994

(71)Applicant : KONICA CORP

(22)Date of filing : 26.10.1998

(72)Inventor : HAYASHI KENJI

KITANI TOMOE

KAMIYAMA MIKIO

(54) ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING TONER AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a toner which removes the faults of a conventional electrostatic charge image developing toner, which can be easily controlled for its particle size and has a narrow particle size distribution, which shows high uniformity in its particle shape and which has excellent electrification characteristics and high fluidity, and to provide a producing method of the toner.

SOLUTION: In the production of an electrostatic charge image developing toner, a flocculant and a stabilizer are added to an aq. dispersion liquid containing at least polymer fine particles and coloring agent fine particles to associate a large number of fine particles described above. The associated particles are thermally fused at a temp. higher than the glass transition temp. of the polymer fine particles. In this method, the concn. of at least either the flocculant or stabilizer is changed when the particles are thermally fused and integrated.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 07.03.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 09.11.2004

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3671701

[Date of registration] 28.04.2005

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection] 2004-25164

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 09.12.2004

[Date of extinction of right]

(19)日本特許庁 (JP) (12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-131882

(P2000-131882A)

(43)公開日 平成12年5月12日 (2000.5.12)

(51)Int.Cl' G 03 C 9/087

(54)発明の名前 静電荷像現像用トナーとその製造方法

(61)出願人 特許平10-303594

(22)出願日 平成10年10月28日 (1998.10.28)

(71)出願人 000001270

コニカ株式会社

(72)発明者 林 錠司

東京都新宿区西新宿1丁目3番2号

(71)出願人 000001270

コニカ株式会社

(72)発明者 林 錠司

東京都新宿区西新宿1丁目3番2号

(71)出願人 000001270

コニカ株式会社

(72)発明者 木谷 審江

東京都新宿区西新宿1丁目3番2号

(71)出願人 000001270

コニカ株式会社

(72)発明者 神山 鮎夫

東京都新宿区西新宿1丁目3番2号

(71)出願人 000001270

コニカ株式会社

(72)発明者 木谷 審江

東京都新宿区西新宿1丁目3番2号

(2)

【特許請求の範囲】

【請求項1】少なくとも重合体微粒子、着色剤微粒子を含む水性分散液に、凝集剤及び安定剤を添加し多數個の上記微粒子を含め、該重合体微粒子のガラス転移温度以上の温度で会合粒子を熱膨脹させる静電荷像現像用トナーの製造方法において、熱膨脹時に凝集剤と安定剤の少なくともいずれかの濃度を変化させることを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項2】上記凝集剤が1乃至3添の金属の塩であることを特徴とする請求項1記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項3】上記凝集剤が水に無限溶解する有機溶媒であることを特徴とする請求項1記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項4】上記安定剤がノニオン界面活性剤であることを特徴とする請求項1記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項5】少なくとも重合体微粒子、着色剤微粒子を含む水性分散液に、凝集剤及び安定剤を添加し多數個の上記微粒子を含め、該重合体微粒子のガラス転移温度以上の温度で会合粒子を熱膨脹させて作製された静電荷像現像用トナーにおいて、熱膨脹時に凝集剤と安定剤の少なくともいずれかの濃度を変化させて作製されたこととを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【発明の詳細な説明】
【発明の属する技術分野】本発明は、静電荷像現像用トナーとその製造法に関するもので、より詳細には立消度分布が狭く、トナーの粒子形状が均一であることを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【0001】
【発明の属する技術分野】本発明は、静電荷像現像用トナーとその製造法に関するもので、より詳細には立消度分布が狭く、トナーの粒子形状が均一であり、流動性、帯電性に優れた静電荷像現像用トナー及びその製造法に関する。

【0002】
【発明の技術】電子写真の分野では、静電荷像を可視化する為にトナーを用いている。このトナー粒子は、樹脂中に着色剤、必要に応じて荷電剤、定着性改良剤等の物質を配合してなる組成物であり、直径の平均粒径、粒度分布を持つものである。樹脂としては、例えばスチレン系樹脂等が用いられ、着色剤としてはカーボンブラックや他の有機系又は無機系の染料が用いられる。

【0003】
【要約】
【問題】コストアップを伴わず従来の静電荷像現像用トナーの欠点を解決し、粒径の制御が容易で狭い粒度分布を有し、粒子形状の均一性が高いトナーとの製造方法を提供することにある。

【解決手段】本発明等は試験検討した結果、本発明の目的は、下記構成の何れかを採ることにより達成出来ることが見いたされた。

【0004】(1)少なくとも重合体微粒子、着色剤微粒子を含む水性分散液に、凝集剤及び安定剤を添加し多数個の上記微粒子を会合し、該重合体微粒子のガラス転移温度以上の温度で会合粒子を熱膨脹させた静電荷像現像用トナーの製造方法において、熱膨脹時に凝集剤と安定剤の少なくともいずれかの濃度を変化させることを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

【0005】(2)上記凝集剤が1乃至3添の金属の塩であることを特徴とする(1)記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【0006】(3)上記凝集剤が水に無限溶解する有機溶媒であることを特徴とする(1)記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【0007】一方、粉碎工程を含まず直接的に着色塗合

体粒子を得る方法として、例えば特公昭53-1773号に記載されている様に、Ⅲ合法による方法が提案されている。

【0005】これらはいわゆる懸濁Ⅲ合法によるものであり、Ⅲ合性单体及び着色剤を成分とする懸濁Ⅲ合法を水性分散媒中に懸濁し直して直接トナーを得る製造方法である。この方法は製造が容易であるが、小粒径のトナーの製造が容易なものを難違する事が困難であり、更に粒子形状が異様であるという欠点を有している。

【0006】更に特開平5-224462号公報、特開平5-11572号公報等に記載の方針として、Ⅲ合併以上5-11572号公報等に記載の方針として、Ⅲ合併粒子水性分散液及び着色剤微粒子水性分散液に、凝集剤及び安定剤を添加し、Ⅲ合体微粒子のガラス転移温度以上の温度で熱膨脹させ直接トナーを得る方法が提案されている。この方法はトナー粒子形状も任意に制御が可能であり、小粒径の粒度分布の狭いトナーを得ることを可能とする静電荷像現像用トナーに比べ良好な特徴を有する事が知られている。

【0007】
【0008】從つて、本発明の目的は、コストアップを伴わざ從来の静電荷像現像用トナーの欠点を解決し、粒径の制御が容易で狭い粒度分布を有し、粒子形状の均一性が高く、帶電特性に優れ流動性が高いトナーとの製造方法を提供することにある。

【0009】
【課題を解決するための手段】本発明等は試験検討した結果、本発明の目的は、下記構成の何れかを採ることにより達成出来ることが見いたされた。

【0010】(1)少なくとも重合体微粒子、着色剤微粒子を含む水性分散液に、凝集剤及び安定剤を添加し多数個の上記微粒子を会合し、該重合体微粒子のガラス転移温度以上の温度で会合粒子を熱膨脹させた静電荷像現像用トナーの製造方法において、熱膨脹時に凝集剤と安定剤の少なくともいずれかの濃度を変化させることを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

【0011】
【課題】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0012】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0013】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0014】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0015】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0016】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0017】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0018】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0019】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0020】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0021】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0022】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0023】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0024】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0025】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0026】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0027】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0028】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0029】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0030】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0031】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0032】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0033】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0034】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0035】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0036】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0037】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0038】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0039】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0040】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0041】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0042】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0043】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0044】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0045】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0046】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0047】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0048】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0049】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0050】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0051】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0052】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0053】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0054】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0055】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0056】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0057】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0058】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0059】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0060】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0061】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0062】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0063】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0064】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0065】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0066】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0067】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0068】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0069】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0070】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0071】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0072】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0073】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0074】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0075】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0076】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0077】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0078】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0079】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0080】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0081】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0082】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0083】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0084】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0085】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0086】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0087】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0088】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0089】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0090】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0091】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0092】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0093】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0094】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0095】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0096】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0097】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0098】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0099】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0100】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0101】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0102】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0103】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0104】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0105】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0106】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0107】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0108】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0109】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0110】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0111】
【要約】
【問題】
【解決手段】
【0112】
【要約】
【問題】
【解決手段】

(3)

溶液であることを特徴とする（1）記載の静電荷像現象用トナーの製造方法。

[0013] [4] 上記安定剤がノニオン界面活性剤であることを特徴とする（1）記載の静電荷像現象用トナーの製造方法。

[0014] [5] 少なくとも重合体微粒子、着色剤微粒子を含む水性分散液に、凝集剤及び安定剤を添加して多個の上記微粒子を会合し、該重合体微粒子のガラス転移温度以上の温度で会合粒子を熱膨脹させて作製され、該電荷像現象用トナーにおいて、熱膨脹時に凝集剤と安定剤の少なくともいずれかの温度を変化させて作製されたことを特徴とする静電荷像現象用トナー。

[0015] 本発明について更に説明する。

[0016] 本発明の静電荷像現象用トナーとは、例えば複数個の重合体微粒子が会合してなる非球形粒子である。該微粒子が重合体微粒子分散液の臨界凝聚濃度以上に分散されると、これは水に無限溶解する。

[0017] 一方、水に無限溶解する溶媒とは、水とともに異なる比率で水に一に混溶液を作ることが出来る液体であり、これを用いる場合は、重合体微粒子を溶解させないものが好ましい。具体的としてメタノール、エタノール、プロパンオール、イソプロパンオール、t-ブチノール、メキシエタノール、エキシエタノール、アセトニトリル等のアルコール類、アセトニトリル等のニトリル類、ジオキサン等が挙げられる。

[0018] 水に対して無限溶解する有機溶媒は、凝集相含有重合体微粒子分散液に対し1～300%の範囲から適宜選択される。

[0019] 又、安定剤とは主にノニオン界面活性剤を示す。ノニオン界面活性剤なら特に限定無く用いることが出来る。

[0020] 本発明でいう凝集剤とは、上記の如く1種乃至3種の金属の塩及び水に無限溶解する有機溶媒である。

[0021] 金属塩としては、1価の金属、例えばナトリウム、カリウム、リチウム等のアルカリ金属の塩、2価の金属、例えばカルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属の塩、マンガン、鋼等の2価の金属塩、鉄、アルミニウム等の3価の金属塩等が挙げられる。

[0022] これら金属の具体的な例を以下に示す。1価の金属の塩的具体例として、塗化ナトリウム、塗化カリウム、塗化チウム、塗化亜鉛、塗酸鋼、塗酸マグネットとして塗化カルシウム、塗化亜鉛等が挙げられる。3価の金属塩としては、塗化ナトリウム、塗化アルミニウム、塗化鉄等が挙げられる。これらは目的に応じて適宜選択される。一般的には1価の金属塩より2価の金属塩のほうが臨界凝聚濃度（溶解度あるいは凝集点）が小さく、更に3価の金属塩の臨界凝聚濃度は小さい。

[0023] 本発明に係る界面活性剤とは、水性分散液中の分散液の安定性に関する指標であり、凝集剤を添

(4)

加し、凝集が起こる点の温度を示している。この臨界凝聚濃度は、ラテックス自身及び分散液により大きく変化する。例えば、岡村誠三他著高分子化学1巻、6.01(1960)等に記述されており、これらの配慮に従えばその値を知ることが出来る。

まれる単量体を示す。具体例としては、例えばカルボキシル基を含む単量体としてアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、イタコン酸、ケイ皮酸、フマル酸、マレイン酸モノアルキルエステル、イタコン酸モノアルキルエステル等が挙げられる。スルホン酸基を有する単量体としてスルホン酸、アリルスルホン酸、2-アクリルアミド-2-メチルエチルメタクリレート及びこれらの中等の单量体が挙げられる。

[0024] 他の重合方法に関する限り、固体成分を単量体中に分散又は溶解した溶波を用い、各々の重合法に於て分散することで合成可能である。

[0025] 本発明の重合方法に関する限り、固体成分を単量体中に分散又は溶解した溶波を用い、各々の重合法に於て分散することで固体成分を複合した重合体微粒子を得ることが可能である。又、重合体微粒子を合成後、これを利用してトナー粒子を造るときに、固体成分を混合してもよい。

[0026] これらの重合体微粒子の粒径は目的とする非球状粒子の粒径以下であれば任意に用いることが可能であるが、一般的に用いられる重合体微粒子の粒径としては0.01～10μmの範囲のもののが好ましい。

[0027] [單量体] 本発明の重合体微粒子を得る場合には、球状單量体が用いられる。更にイオン性解離基を有する単量体を含有させることができない。このイオノン性解離基を有する単量体は全量体に対する0.1～30重量%、好ましくは0.5～20重量%の範囲で含有することが好ましい。このイオノン性解離基はトナー粒子形成後も解離状態にあることが好ましい。

[0028] 本発明の被水性単量体の例としては、スチレン誘導体、例えばステレン、D-メチルスチレン、0-メチルスチレン、D-クロロスチレン、0-クロロスチレン、D-エトキシスチレン、D-メチルスチレン、D-エトキシスチレン、D-メチルスチレン、2-4-ジクロロスチレン、2-4-ジメチルスチレン、2-4-ジクロロメチルスチレン、0-クロロメチルスチレン、D-ヒドロキシスチレン、0-ヒドロキシスチレン等が挙げられる。（メタ）アクリル酸メチル、（メタ）アクリル酸エチル、（メタ）アクリル酸n-ブチル、（メタ）アクリル酸ヘキシル、（メタ）アクリル酸n-ブチル、（メタ）アクリル酸2-エチルヘキシル、（メタ）アクリル酸シクロヘキシル、（メタ）アクリル酸デシル等のアクリル酸エチル等を挙げることができる。

[0029] Nを環構として有する化合物で置換されたビニル化合物及びN-ジアリルアルキルアミド或いはジアリルアミン又は第四級アンモニウム塩の具本例として、例えば（メタ）アクリルアミド、N-アブチルエチルアミド、N-N-ジエチル（メタ）アクリルアミド等を挙げることができる。

[0030] Nを環構として有する化合物で置換されたビニル化合物及びN-ジアリルアルキルアミド或いはジアリルアミン又は第四級アンモニウム塩の具本例として、例えば（メタ）アクリルアミド、N-アブチルエチルアミド、N-N-ジエチル（メタ）アクリルアミド等を挙げることができる。

[0031] 他の重合方法に関する限り、固体成分を単量体中に分散又は溶解した溶波を用いて後ろに於て合成可能である。又、ジアルキルアミン或いは第四級アンモニウム塩が単量体構造中に合して共重合する事もできる。例えば、ビニルベンジル

6

シル基を含む単量体としてアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、イタコン酸、ケイ皮酸、フマル酸、マレイン酸モノアルキルエステル、イタコン酸モノアルキルエステル等が挙げられる。スルホン酸基を有する単量体としてスルホン酸、アリルスルホン酸、2-アクリルアミド-2-メチルエチルメタクリレート及びこれらの中等の单量体が挙げられる。

[0032] 他の重合方法に関する限り、固体成分を単量体中に分散又は溶解した溶波を用い、各々の重合法に於て分散することで合成可能である。

[0033] 本発明の重合体微粒子を得る場合には、球状單量体が用いられる。更にイオン性解離基を有する単量体を含有させることができない。このイオノン性解離基を有する単量体は全量体に対する0.1～30重量%、好ましくは0.5～20重量%の範囲で含有することが好ましい。このイオノン性解離基はトナー粒子形成後も解離状態にあることが好ましい。

[0034] 本発明の被水性単量体の例としては、スチレン誘導体、例えばステレン、D-メチルスチレン、0-メチルスチレン、D-クロロスチレン、0-クロロスチレン、D-エトキシスチレン、D-メチルスチレン、2-4-ジクロロスチレン、2-4-ジメチルスチレン、0-クロロメチルスチレン、D-ヒドロキシスチレン、0-ヒドロキシスチレン等が挙げられる。（メタ）アクリル酸メチル、（メタ）アクリル酸エチル、（メタ）アクリル酸n-ブチル、（メタ）アクリル酸ヘキシル、（メタ）アクリル酸デシル等のアクリル酸エチル等を挙げることができる。

[0035] Nを環構として有する化合物で置換されたビニル化合物及びN-ジアリルアルキルアミド或いはジアリルアミン又は第四級アンモニウム塩の具本例として、例えば（メタ）アクリルアミド、N-アブチルエチルアミド、N-N-ジエチル（メタ）アクリルアミド等を挙げることができる。

[0036] 他の重合方法に関する限り、固体成分を単量体中に分散又は溶解した溶波を用いて後ろに於て合成可能である。又、ジアルキルアミン或いは第四級アンモニウム塩が単量体構造中に合して共重合する事もできる。例えば、ビニルベンジル

5

シル基を含む単量体としてアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、イタコン酸、ケイ皮酸、フマル酸、マレイン酸モノアルキルエステル、イタコン酸モノアルキルエステル等が挙げられる。スルホン酸基を有する単量体としてスルホン酸、アリルスルホン酸、2-アクリルアミド-2-メチルエチルメタクリレート及びこれらの中等の单量体が挙げられる。

[0037] 他の重合方法に関する限り、固体成分を単量体中に分散又は溶解した溶波を用い、各々の重合法に於て分散することで合成可能である。

[0038] 本発明に係る界面活性剤は、一般的には界面活性剤と呼ばれるが、これは表面活性剤と同一の意味である。表面活性剤とは、界面活性剤の構造を有する化合物である。

[0039] 本発明に係る界面活性剤を有する単量体単位としては、カルボキシル基、スルホン酸基、アミノ基（第一級アミン、第二級アミン、第三級アミン等を含む）、第四級アンモニウム塩等の基が単量体構造中に合して共重合する事が可能である。例えば、ビニルベンジル

(7)

12

(8)

13

14

た。又、ポリマー固形分濃度は20%であった。この重合体微粒子分散液を本発明の重合体微粒子分散液(1)に変えた以外は全く同一に分散を行った。平均粒径は $d_{50}=8.2\text{ nm}$ であった。この着色剤分散液を着色剤分散液(4)とした。

[0066] (重合体微粒子の合成2) 搅拌装置、冷却管、温度センサー及び蒸留水2400ml、ドーシルベンゼンジンスルホン酸ナトリウム2、8g、マレイン酸トリウム2.5g、ビレンツックス乳化液(販価: 20mg KOH/g、ワックス固形分: 20%、平均粒径: 1.0 nm)2.40g、チクサン54g、n-アブチルアクリレート2.00g、メタクリル酸5.2g及びtert-デシルメルカバタン0.45gを添加し、塗装気流下搅拌を行い、内温を7.0°Cまで昇温した。内温が7.0°Cに到達した時点まで、過濾機カリウム1.0、8.0gを蒸留水600mlに溶かし、過濾機開始水溶液を投入し、内温7.0°Cに搅拌しつつ、塗装気流下搅拌を3時間行い重量を完全に維持させた後、塗装機を冷却した。この重合体微粒子は、動的光散乱強度測定装置ELS-800(大原電子工業社製)を用いて粒径測定、ゲルバーミエーションクロマトグラフィー(HLC-8020(東ソー社製))を用いて分子量測定、示差電極容量計DSC-50(鳥津製作所社製)を用いてガラス転移温度測定を行った。結果は平均粒径 $d_{50}=1.1\text{ nm}$ 、重量平均分子量 $M_w=1.95\times 10^5$ 、分子量分布 $M_w/M_n=2.96$ 、ガラス転移温度 $T_g=5.7^\circ\text{C}$ であった。又ボリマー固形分濃度は20%であった。この重合体微粒子分散液を本発明の重合体微粒子分散液(2)とする。

[0067] (着色剤分散液の調製1) 蒸留水1500ml、ドーシル硫酸ナトリウム1.06、2.8g及びモーガル(カーボンブラック; キャゴット社より入手)2.30gを混合後、加圧分散機MINI-LAB(ラニー社製)を用いて平均粒径が1100nm以下になる様、分散を行った。平均粒径は動的光散乱強度測定装置EL-S-800(大原電子工業社製)を用いて測定した。結果は $d_{50}=8.4\text{ nm}$ であった。この着色剤分散液を着色剤分散液(1)とした。

[0068] (着色剤分散液の調製2) 着色剤分散液の調製1のモーガルをToner Yellow 1 Low TGP(C. I. Pigment Yellow 155; クラリント社より入手)に変えた以外は全く同一に分散を行った。平均粒径は $d_{50}=9.7\text{ nm}$ であった。この着色剤分散液を着色剤分散液(2)とした。

[0069] (着色剤分散液の調製3) 着色剤分散液の調製1のモーガルをToner Pink E02(C. I. Pigment Red 122; クラリント社より入手)に変えた以外は全く同一に分散を行った。平均粒径は $d_{50}=8.8\text{ nm}$ であった。この着色剤分散液を着色剤分散液(3)とした。

[0070] (着色剤分散液の調製4) 着色剤分散液の調製1のモーガルをKET Blue 104(C.

後、過濾、蒸留水を添加し再懸濁、過濾を繰り返し、トナーを精製した。このトナーを本発明のトナー2とし、精製したトナーは乾燥を行った。

[0071] (トナーの合成3) 搅拌装置、冷却管、温度センサーを接着した1-セバラブルフラスコに、重合体分散液(1)2.12g及び重合体分散液(2)5.4g、着色剤分散液(1)3.1、8.5g及び蒸留水2.1gを添加し、この混合液を5N-水酸化ナトリウムを用いてpH=9.5に調整した。このpH調整済みの混合液を搅拌を行いつつ、塗化ナトリウム水溶液を蒸留水1.56、6mlに溶解した塗化ナトリウム水溶液、イソプロパノール7.6、8ml及びフロードFC-170°C(住友3M社より入手、フッ素系ノニオン界面活性剤)1.0mgを蒸留水1.0mlに溶解したノニオン界面活性剤水溶液を順次添加し、搅拌しつつ内温を8.5°Cまで昇温し、この温度を維持しつつ搅拌を行った。

[0072] (トナーの合成4) 搅拌装置、冷却管、温度センサーを接着した1-セバラブルフラスコに、重合体分散液(1)2.12g及び重合体分散液(2)5.4g、着色剤分散液(2)3.9、8.1g及び蒸留水1.9gを添加し、この混合液を5N-水酸化ナトリウムを用いてpH=9.5に調整した。このpH調整済みの混合液を搅拌を行いつつ、塗化ナトリウム水溶液を蒸留水1.56、6mlに溶解した塗化ナトリウム水溶液、イソプロパノール7.6、8ml及びフロードFC-170°C(住友3M社より入手、フッ素系ノニオン界面活性剤)1.0mgを蒸留水1.0mlに溶解したノニオン界面活性剤水溶液を順次添加し、搅拌を行いつつ、塗化ナトリウム水溶液を順次添加した時点まで、過濾機カリウム1.0、8.0gを蒸留水600mlに溶かし、過濾機開始水溶液を投入し、内温7.0°Cに搅拌しつつ、塗装気流下搅拌を3時間行い重量を完全に維持させた後、塗装機を冷却した。この重合体微粒子は、動的光散乱強度測定装置ELS-800(大原電子工業社製)を用いて粒径測定、ゲルバーミエーションクロマトグラフィー(HLC-8020(東ソー社製))を用いて分子量測定、示差電極容量計DSC-50(鳥津製作所社製)を用いてガラス転移温度測定を行った。結果は平均粒径 $d_{50}=1.1\text{ nm}$ 、重量平均分子量 $M_w=1.95\times 10^5$ 、分子量分布 $M_w/M_n=2.96$ 、ガラス転移温度 $T_g=5.7^\circ\text{C}$ であった。又ボリマー固形分濃度は20%であった。この重合体微粒子分散液を本発明の重合体微粒子分散液(3)とした。

[0073] (トナーの合成5) 搅拌装置、冷却管、温度センサーを接着した1-セバラブルフラスコに、重合体分散液(1)2.12g及び重合体分散液(2)5.4g、着色剤分散液(1)3.1、8.5g及び蒸留水2.0gを添加し、この混合液を5N-水酸化ナトリウムを用いてpH=9.5に調整した。このpH調整済みの混合液を搅拌を行いつつ、塗化ナトリウム水溶液を蒸留水1.56、6mlに溶解した塗化ナトリウム水溶液、イソプロパノール7.6、8ml及びフロードFC-170°C(住友3M社より入手、フッ素系ノニオン界面活性剤)1.0mgを蒸留水1.0mlに溶解したノニオン界面活性剤水溶液を順次添加し、搅拌を行いつつ、塗化ナトリウム水溶液を順次添加した時点まで、過濾機カリウム1.0、8.0gを蒸留水600mlに溶かし、過濾機開始水溶液を投入し、内温7.0°Cに搅拌しつつ、塗装気流下搅拌を3時間行い重量を完全に維持させた後、塗装機を冷却した。この重合体微粒子は、動的光散乱強度測定装置ELS-800(大原電子工業社製)を用いて粒径測定、ゲルバーミエーションクロマトグラフィー(HLC-8020(東ソー社製))を用いて分子量測定、示差電極容量計DSC-50(鳥津製作所社製)を用いてガラス転移温度測定を行った。結果は平均粒径 $d_{50}=1.1\text{ nm}$ 、重量平均分子量 $M_w=1.95\times 10^5$ 、分子量分布 $M_w/M_n=2.96$ 、ガラス転移温度 $T_g=5.7^\circ\text{C}$ であった。又ボリマー固形分濃度は20%であった。この重合体微粒子分散液を本発明の重合体微粒子分散液(4)とした。

[0074] (トナーの合成6) 本発明のトナーの合成6は、応応液中の粒子が6.5μmに成長した段階で蒸留水1.0mlを添加し更に加热搅拌を続ける1時間後に内温を8.5°Cまで低下し反応を終了した。この反応液を水トリウムを用いてpH=1.3に調整した後、過濾、蒸留水を添加し再懸濁、過濾を繰り返し、トナーを精製した。このトナーを本発明のトナー5とし、精製したトナーは乾燥を行った。

[0075] (トナーの合成7) (コールター社製)を用い、反応液中の粒子が6.5μmに成長した段階で蒸留水1.0mlを添加し更に加热搅拌を続ける1時間後に内温を8.5°Cまで昇温し、この温度を維持しつつ搅拌を行いつつ、塗化ナトリウム水溶液を順次添加した時点まで、過濾機カリウム1.0、8.0gを蒸留水600mlに溶かし、過濾機開始水溶液を投入し、内温7.0°Cに搅拌しつつ、塗装気流下搅拌を3時間行い重量を完全に維持させた後、塗装機を冷却した。この重合体微粒子は、動的光散乱強度測定装置ELS-800(大原電子工業社製)を用いて粒径測定、ゲルバーミエーションクロマトグラフィー(HLC-8020(東ソー社製))を用いて分子量測定、示差電極容量計DSC-50(鳥津製作所社製)を用いてガラス転移温度測定を行った。結果は平均粒径 $d_{50}=1.1\text{ nm}$ 、重量平均分子量 $M_w=1.95\times 10^5$ 、分子量分布 $M_w/M_n=2.96$ 、ガラス転移温度 $T_g=5.7^\circ\text{C}$ であった。又ボリマー固形分濃度は20%であった。この重合体微粒子分散液を本発明の重合体微粒子分散液(5)とした。

[0076] (トナーの合成8) 本発明のトナーの合成8は、応応液中の粒子が6.5μmに成長した段階で蒸留水1.0mlを添加し更に加热搅拌を続ける1時間後に内温を8.5°Cまで昇温し、この温度を維持しつつ搅拌を行いつつ、塗化ナトリウム水溶液を順次添加した時点まで、過濾機カリウム1.0、8.0gを蒸留水600mlに溶かし、過濾機開始水溶液を投入し、内温7.0°Cに搅拌しつつ、塗装気流下搅拌を3時間行い重量を完全に維持させた後、塗装機を冷却した。この重合体微粒子は、動的光散乱強度測定装置ELS-800(大原電子工業社製)を用いて粒径測定、ゲルバーミエーションクロマトグラフィー(HLC-8020(東ソー社製))を用いて分子量測定、示差電極容量計DSC-50(鳥津製作所社製)を用いてガラス転移温度測定を行った。結果は平均粒径 $d_{50}=1.1\text{ nm}$ 、重量平均分子量 $M_w=1.95\times 10^5$ 、分子量分布 $M_w/M_n=2.96$ 、ガラス転移温度 $T_g=5.7^\circ\text{C}$ であった。又ボリマー固形分濃度は20%であった。この重合体微粒子分散液を本発明の重合体微粒子分散液(6)とした。

